

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-220440

(43)Date of publication of application : 14.08.2001

(51)Int.Cl. C08G 65/28
C04B 24/26
C08F220/26
C08F290/06
C08L 71/00
// C04B103:40

(21)Application number : 2000-033289

(71)Applicant : KAO CORP

(22)Date of filing : 10.02.2000

(72)Inventor : SATO HARUYUKI
UKIANA TOSHINAO
MINOU SEIYA
KOYANAGI KOJI

(54) METHOD FOR PRODUCING POLYALKYLENE GLYCOL ETHER

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method by which a polyalkylene glycol ether can be produced as a raw material of a polycarboxylic acidbased copolymer capable of providing a cement dispersant excellent in dispersibility.

SOLUTION: A water content in a liquid containing a catalyst and a compound represented by ROH (R denotes a 1-18C alkyl which may be segmented with oxygen atom, or the like) is ≤ 3 mol% based on the compound when producing the polyalkylene glycol ether for the raw material of the cement dispersant by supplying an alkylene oxide to the liquid.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2001-220440

(P2001-220440A)

(43) 公開日 平成13年8月14日 (2001.8.14)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	ページ* (参考)
C 0 8 G 65/28		C 0 8 G 65/28	4 J 0 0 2
C 0 4 B 24/26		C 0 4 B 24/26	F 4 J 0 0 5
C 0 8 F 220/26		C 0 8 F 220/26	4 J 0 2 7
290/06		290/06	4 J 1 0 0
C 0 8 L 71/00		C 0 8 L 71/00	Y
審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 7 頁) 最終頁に続く			

(21) 出願番号 特願2000-33289(P2000-33289)

(22) 出願日 平成12年2月10日 (2000.2.10)

(71) 出願人 000000918

花王株式会社

東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号

(72) 発明者 佐藤 治之

和歌山県和歌山市湊1334 花王株式会社研
究所内

(72) 発明者 浮穴 俊直

和歌山県和歌山市湊1334 花王株式会社研
究所内

(74) 代理人 100063897

弁理士 古谷 馨 (外3名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 ポリアルキレングリコールエーテルの製造方法

(57) 【要約】

【課題】 より分散性能に優れたセメント分散剤を得ることができる、ポリカルボン酸系共重合体の原料としてのポリアルキレングリコールエーテルを製造できる方法を提供する。

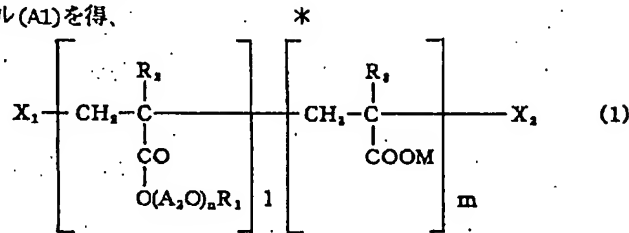
【解決手段】 触媒とROH〔Rは、酸素原子で分断されていて、もよい炭素数1～18のアルキル基等を意味する。〕で表される化合物とを含有する液体にアルキレンオキシドを供給してセメント分散剤の原料用のポリアルキレングリコールエーテルを製造する際に、前記液体中の水分量を前記化合物に対し3モル%以下とする。

【特許請求の範囲】

【請求項1】触媒とROH〔Rは、酸素原子で分断されていてもよい炭素数1～18のアルキル基もしくはアルケニル基、フェニル基又は炭素数1～9のアルキル基を有するアルキルフェニル基を意味する。〕で表される化合物とを含有する液体にアルキレンオキシドを供給してセメント分散剤の原料用のポリアルキレングリコールエーテルを製造する方法であって、前記液体中の水分量が前記化合物に対し3モル％以下である製造方法。

【請求項2】触媒がアルカリ金属又はその水素化物もしくはアルコキサイドである請求項1記載の製造方法。

【請求項3】触媒とROH〔Rは、酸素原子で分断されていてもよい炭素数1～18のアルキル基もしくはアルケニル基、フェニル基又は炭素数1～9のアルキル基を有するアルキルフェニル基を意味する。〕で表される化合物とを含有する液体にアルキレンオキシドを供給してポリアルキレングリコールエーテル(A1)を得、



【式中、

R¹: 炭素数1～18のアルキル基もしくはアルケニル基、フェニル基又は炭素数1～9のアルキル基を有するアルキルフェニル基

R², R³: 水素原子又はメチル基

A₂O: 炭素数2～4のオキシアルキレン基又はオキシシチレン基を表し、2種以上の場合ランダム、ブロック付加でも良い

n: 2～300の数

M: 水素原子、アルカリ金属、アルカリ土類金属、アンモニウム基又は水酸基が置換してもよいモノ、ジもしくはトリアルキルアンモニウム基

l, m: l/m = 3/97～90/10となる数

X₁, X₂: 水素原子又は重合開始もしくは連鎖移動により共重合体末端に結合する残基を意味する。】

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、セメント分散剤の原料用として有用なポリアルキレングリコールエーテルの製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】ポリカルボン酸系重合体はセメント用分散剤として有用であり、それに関する種々の技術が提案されている。例えば、特公昭59-18338号公報、特開平7-223852号公報、特開平11-157897号公報、特開平11-7115

* 該ポリアルキレングリコールエーテル(A1)とカルボン酸系単量体(A2)とを反応させてポリアルキレングリコールエステル(A)を得、

該ポリアルキレングリコールエステル(A)とカルボン酸系単量体を含有する単量体(B)とを共重合するセメント分散剤の製造方法であって、

前記液体中の水分量が前記化合物(Aa)に対し3モル％以下である製造方法。

【請求項4】請求項1又は2記載の方法により得られたポリアルキレングリコールエーテル(A1)とカルボン酸系単量体(A2)とを反応させて得られたポリアルキレングリコールエステル(A)と、カルボン酸系単量体を含有する単量体(B)とを共重合して得られたセメント分散剤。

【請求項5】下記一般式(1)で表される化合物からなる請求項4記載のセメント分散剤。

【化1】

2号公報には、ポリアルキレングリコールモノ(メタ)アクリル酸エステル系単量体及び(メタ)アクリル酸系単量体、さらにこれらの単量体と共重合可能な単量体を特定の比率で反応させることによって製造された共重合体を含むものが開示され、特開昭63-285140号公報には、ポリアルキレングリコールアリルエーテル系単量体とマレイン酸系単量体との共重合体を含むものが開示されている。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】当業界では、より分散性能に優れたセメント分散剤を得ることができる製造方法に対する要望が高い。

【0004】

【課題を解決するための手段】本発明は、触媒とROH〔Rは、酸素原子で分断されていてもよい炭素数1～18のアルキル基もしくはアルケニル基、フェニル基又は炭素数1～9のアルキル基を有するアルキルフェニル基を意味する。〕で表される化合物とを含有する液体(以下、液体(A')という)にアルキレンオキシドを供給してセメント分散剤の原料用のポリアルキレングリコールエーテルを製造する方法であって、前記液体中の水分量が前記化合物に対し3モル％以下である製造方法に関する。

【0005】また、本発明は、触媒とROH〔Rは、酸素原子で分断されていてもよい炭素数1～18のアルキル基もしくはアルケニル基、フェニル基又は炭素数1～9のアルキル基を有するアルキルフェニル基を意味する。〕で

表される化合物とを含有する液体にアルキレンオキシドを供給してポリアルキレングリコールエーテル(A1)を得、該ポリアルキレングリコールエーテル(A1)とカルボン酸系単量体(A2)とを反応させてポリアルキレングリコールエステル(A)を得、該ポリアルキレングリコールエステル(A)とカルボン酸系単量体を含有する単量体(B)とを共重合するセメント分散剤の製造方法であって、前記液体中の水分量が前記化合物(Aa)に対し3モル%以下である製造方法に関する。

【0008】更に本発明は、上記の方法により得られたポリアルキレングリコールエーテル(A1)とカルボン酸系単量体(A2)とを反応させて得られたポリアルキレングリコールエステル(A)と、カルボン酸系単量体を含有する単量体(B)とを共重合して得られたセメント分散剤に関する。

【0007】

【発明の実施の形態】(1)ポリアルキレングリコールエーテルの製造方法

本発明のポリアルキレングリコールエーテルの製造方法に用いられる化合物(Aa)は、アルコール性又はフェノール性水酸基を有する化合物であり、反応時に液状のものはそのまま用いることができ、また、適当な溶剤、例えばトルエン、ベンゼン、キシレン等に溶解させた溶液を用いることもできる。

【0008】本発明では、該化合物(Aa)と触媒とを含有し、水分量が前記化合物に対し3モル%以下、好ましくは2モル%以下、より好ましくは0.01~1モル%の液体(A')を用いてAOと反応させる。水分量がこの範囲にあるものを用いることで、セメント分散剤となるポリカルボン酸系共重合体の分散性が良好となる。

【0009】なお、この水分量とは、JIS K0068のサリチル酸メタノール溶液法に準じ測定を行い、得られた水分値から化合物(Aa)に対するモル%を算出したものである。

【0010】化合物(Aa)としては、前記式中のRが酸素原子で分断されていてもよい炭素数1~8のアルキル基もしくはフェニル基のものが好ましく、特にメタノール、エタノール、プロパノール、ブタノール、フェノール、ジエチレングリコールモノメチルエーテルが好ましい。化合物(Aa)は2種以上を用いることができる。

【0011】また、AOの付加モル数は限定されないが、平均で1~300、特に2~200から選択できる。AOとしては、エチレンオキシド(以下EOと表記する)、プロピレンオキシド、ブチレンオキシド、ステレンオキシドが挙げられ、好ましくはEOである。化合物(Aa)とAOの反応温度や反応時間は公知の方法に準ずる。

【0012】化合物(Aa)とAOとの反応に用いられる触媒は、アルカリ金属又はその水素化物もしくはアルコキサイドが好ましい。アルカリ金属としてはリチウム、ナトリウム、カリウムが、アルカリ金属の水素化物としては

水素化リチウム、水素化ナトリウム、水素化カリウムが、アルカリ金属のアルコキサイドとしては、炭素数1~18のアルコール又はフェノール類とリチウム、ナトリウム又はカリウムのアルコキサイドが挙げられる。触媒は2種以上を用いることができる。工業的スケールでの操作上からアルカリ金属アルコキサイドが好ましい。好ましくはメタノール、エタノールのナトリウム、カリウムのアルコキサイド、特に好ましくはナトリウムメチラート、ナトリウムエチラートである。使用する触媒量は原料中の化合物(Aa)に対し0.1~30モル%、好ましくは0.2~20モル%であり、付加するAOの種類、組み合わせや目的とする付加モル数により決定を行う。

【0013】(2)セメント分散剤の製造方法

本発明のセメント分散剤の製造方法は、

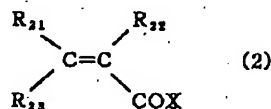
①上記の方法で得られたポリアルキレングリコールモノアルキルエーテル(A1)とカルボン酸系単量体(A2)の反応によりポリアルキレングリコールエステル(A)を得る工程(以下、エステル化工程という)と、

②該ポリアルキレングリコールエステル(A)とカルボン酸系単量体を含有する単量体(B)とを共重合する工程(以下、共重合工程という)とを有する。

【0014】エステル化工程で用いられるカルボン酸系単量体(A2)としては、下記一般式(2)で表される化合物の中から選ばれる一種以上以上の化合物が好ましい。

【0015】

【化2】



【0016】(式中、

$R_{21} \sim R_{23}$: 水素原子、メチル基又は $X(CO)(CH_2)_{n-1}-$ であり、 $X(CO)(CH_2)_{n-1}-$ は COX 又は他の $X(CO)(CH_2)_{n-1}-$ と無水物を形成していてもよい。

$X: -OY$ (Y は水素原子又は炭素数1~4のアルキル基)又はハロゲン

$m21: 0 \sim 2$ の整数

を表す。)

【0017】一般式(2)で表される単量体としては、

(メタ)アクリル酸、クロトン酸等のモノカルボン酸系単量体、マレイン酸、イタコン酸、フマル酸等のジカルボン酸系単量体、又はこれらの無水物もしくは酸ハライド、低級(炭素数1~4)アルキルエステル、好ましくは(メタ)アクリル酸、マレイン酸、無水マレイン酸又はこれらのメチルエステルであり、更に好ましくは(メタ)アクリル酸である。

【0018】エステル化工程におけるカルボン酸系単量体(A2)の比率は、ポリアルキレングリコールエーテル(A1)に対して、0.7~200モル倍が好ましい。

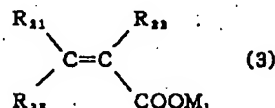
【0019】エステル化工程は、回分式でも連続式でも

行うことができ、上記特定のポリアルキレングリコールエーテル(A1)を用いる以外は公知の方法に準じて行うことができる。反応温度は0～160℃、特に40～140℃が好ましく、バトールエンズルホン酸等のエステル化触媒や公知のエステル交換触媒を用いてもよい。過剰に用いたカルボン酸系単量体(A2)は減圧留去してもよいしそのまま次の共重合工程に用いてもよい。

【0020】次に共重合工程について説明する。本工程に用いられるカルボン酸系単量体としては、下記一般式(3)で表されるものが挙げられる。

【0021】

【化3】



【0022】(式中、

$R_{11} \sim R_{12}$ ：水素原子、メチル基又は $M_1O(CO)(CH_2)_{n-1}-$ であり、 $M_1O(CO)(CH_2)_{n-1}-$ は $COOM_1$ 又は他の $M_1O(CO)(CH_2)_{n-1}-$ と無水物を形成していてもよく、その場合、それら

の基の M_1 、 M_2 は存在しない。
 M_1 、 M_2 ：水素原子、アルカリ金属、アルカリ土類金属、アンモニウム、水酸基が置換されていてもよいモノ、ジ、トリアルキルアンモニウム

$m1$ ：0～2の整数

を表す。)

【0023】一般式(3)で表される単量体としては、

(メタ)アクリル酸、クロトン酸等のモノカルボン酸系単量体、マレイン酸、イタコン酸、フマル酸等のジカルボン酸系単量体、又はこれらの無水物もしくは塩、具体的にはアルカリ金属塩、アルカリ土類金属塩、アンモニウム塩、水酸基が置換されていてもよいモノ、ジ、トリアルキル(炭素数2～6が好ましい)アンモニウム塩が好ましく、より好ましくは(メタ)アクリル酸、マレイン酸、無水マレイン酸又はこれらのアルカリ金属塩であり、更に好ましくは(メタ)アクリル酸又はこれらのアルカリ金属塩である。

【0024】単量体(B)中、カルボン酸系単量体の比率は、5～100重量%、更に20～100、特に30～100重量%が好ましい。

【0025】共重合工程において、ポリアルキレングリコールエステル(A)と、カルボン酸系単量体を含む単量体(B)中のカルボン酸系単量体(B')との共重合比率は、流動性、流動保持性、セメントの粘性の観点から、モル比で(A)/(B')=90/10～3/97が好ましく、より好ましくは70/30～5/95である。

【0026】更に、カルボン酸系単量体と共に使用可能な単量体としては、例えば、アクリロニトリル、アクリルアミド、メタクリルアミド、スチレン、水酸基が置換していてもよい炭素数1～4のアルキル(メタ)アクリル酸エステル、スチレンスルホン酸、メタリルスルホン酸又はこれらの金属塩等が挙げられる。しかしながら、本発明のポリアルキレングリコールエステルとカルボン酸系単量体が全単量体中の50重量%以上、特に80重量%以上を占めることが好ましい。特に好ましくは、実質的に本発明のポリアルキレングリコールエステルとカルボン酸系単量体とを用いることである。

【0027】ポリアルキレングリコールエステル(A)と単量体(B)との共重合反応は、公知の方法に準じて行うことができ、回分式でも連続式でも行うことができる。これら単量体は、重合開始剤と共に反応装置に滴下することが好ましい。その際の反応温度は40～150℃が好ましい。

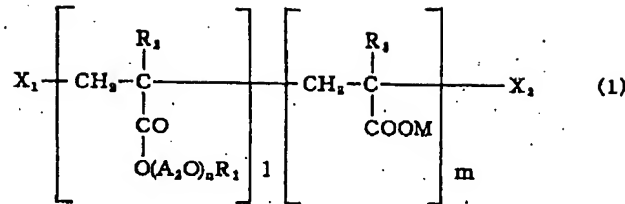
【0028】ポリアルキレングリコールエステル(A)と単量体(B)との共重合反応では、重合開始剤や連鎖移動剤を使用する。重合開始剤としては、有機過酸化物、無機過酸化物、ニトリル系化合物、アゾ系化合物、ジアゾ系化合物、スルフィン酸系化合物等が挙げられ、少なくとも1種が過硫酸塩またはアゾ化合物であることが好ましい。重合開始剤の添加量は、全単量体に対して0.1～50モル%が好ましい。また、連鎖移動剤としては、低級アルキルメルカプタン、低級メルカプト脂肪酸、チオグリセリン、チオリンゴ酸、2-メルカプトエタノール等のチオール類が挙げられ、チオール類が好ましい。連鎖移動剤の添加量は、全単量体に対して0.1～30モル%が好ましい。

【0029】本発明の製造方法により得られる共重合体は、酸型のままでもセメント用分散剤として適用することができるが、酸性によるエステルの加水分解を抑制する観点から、アルカリによる中和によって塩の形にすることが好ましい。このアルカリとしては、アルカリ金属又はアルカリ土類金属の水酸化物、アンモニア、モノ、ジ又はトリアルキル(炭素数2～6が好ましい。)アミン、モノ、ジ又はトリアルカノール(炭素数2～6が好ましい。)アミン等を挙げることができる。共重合体をセメント用分散剤として使用する場合は、中和によりpHを5～9にすることが好ましい。

【0030】上記の方法により得られた本発明のセメント分散剤としては、下記一般式(1)で表されるものが挙げられる。

【0031】

【化4】



【0032】〔式中、

R¹：炭素数1～18のアルキル基もしくはアルケニル基、フェニル基又は炭素数1～9のアルキル基を有するアルキルフェニル基

R², R³：水素原子又はメチル基

A₁O：炭素数2～4のオキシアルキレン基又はオキシシチレン基を表し、2種以上の場合にはランダム、ブロック付加でも良い

n：2～300の数

M：水素原子、アルカリ金属、アルカリ土類金属、アンモニウム基又は水酸基が置換してもよいモノ、ジもしくはトリアルキルアンモニウム基

l, m：1/m = 3/97～90/10となる数

X₁, X₂：水素原子又は重合開始もしくは連鎖移動により共重合体末端に結合する残基を意味する。〕。

【0033】本発明の製造方法により得られる共重合体は、ポルトランドセメント、アルミナセメント、各種混合セメント等の水硬セメント、石膏等のセメント以外の水硬材料等の分散剤として用いることができる。

【0034】

〔実施例〕実施例1（A-1、A-5の製造）

攪拌機、温度計、圧力計、窒素導入ラインの付いた耐圧製反応容器に中にメタノール（和光純薬工業製）300重量部、24%ナトリウムメチラート（東ソー製：SM-24）2.2.5重量部を仕込み攪拌後、水分の測定を行ったところ0.2モル%（対メタノール）であった。次いで窒素置換を行い、90℃～135℃、圧力0.01～0.4MPa条件下、エチ

レンオキサイド（三菱化学製）3965重量部を240分で注入後、30分間135℃にて熟成した。90℃まで冷却し減圧下にて残存するエチレンオキサイドを除去し、50%バートルエンズルホン酸水溶液34.4重量部で触媒を中和し、BHT（BHT：2,6-tert-ブチル-4-メチルフェノール）1000mg/kgを添加して表1に示すA-1〔ポリエチレングリコールモノメチルエーテル（EOp=9、EOpはEO平均付加モル数、以下同様）〕を得た。

【0035】また、水分量の測定結果が3.3モル%（対メタノール）のものを用いた以外は上記と同様にして表1に示すA-5を得た。

【0036】実施例2（A-2～A-4、A-6、A-7の製造）

実施例1と同様の容器にジエチレングリコールモノメチルエーテル（MDG）110.5重量部、ナトリウムメチラート（BASF製）4.3重量部を仕込み水分量の測定を行ったところ0.5モル%（対MDG）であった。エチレンオキサイド5345重量部、50%バートルエンズルホン酸水溶液27.6重量部とした以外は実施例1と同様の操作にて表1に示すA-2〔ポリエチレングリコールモノメチルエーテル（EOp=120）〕を得た。

【0037】また、表1に示す原料、触媒、EO平均付加モル数を調整し、表1記載の水分測定値下、上記と同様の操作でA-3、A-4及びA-7を得た。更に、水分量の測定結果が4モル%のものを用いた以外はA-2と同様にして表1に示すA-6を得た。

【0038】

〔表1〕

記号	構造	単量体(A1)の原料				
		ROH		触媒		水分量 (モル%)
		種類	モル	種類	モル	
A-1	CH ₃ O(C ₂ H ₄ O) ₉ H	メタノール	0.99	CH ₃ ONa	0.01	0.2
A-2	CH ₃ O(C ₂ H ₄ O) ₁₂₀ H	MDG	0.92	CH ₃ ONa	0.08	0.5
A-3	C ₂ H ₅ O(C ₂ H ₄ O) ₁₅₀ H	エタノール	0.9	C ₂ H ₅ ONa	0.1	2.2
A-4	C ₆ H ₅ O(C ₂ H ₄ O) ₆₀ H	フェノール	0.98	CH ₃ ONa	0.04	1.3
A-5	CH ₃ O(C ₂ H ₄ O) ₉ H	メタノール	0.99	CH ₃ ONa	0.01	3.3
A-6	CH ₃ O(C ₂ H ₄ O) ₁₂₀ H	MDG	0.92	CH ₃ ONa	0.08	4.0
A-7	C ₆ H ₅ O(C ₂ H ₄ O) ₆₀ H	フェノール	1	NaOH	0.04	4.6

【0039】なお、表1中の単量体(A1)は「ポリアルキ 50 レングリコールエーテル」である。

【0040】製造例1

(1) <メタクリル酸エステルの製造>

ガラス製反応容器に、A-1 1000重量部、ヒドロキノン3重量部、パラトルエンスルホン酸32重量部を仕込み、次いで空気を反応液中に、窒素を反応器気相部に通気しながらメタクリル酸1000重量部を投入し加熱及び反応器内の減圧を開始し90℃～110℃でエステル化を行った。反応終了後、48%水酸化ナトリウム水溶液で中和し、120℃以下で真空蒸留法により未反応のメタクリル酸を回収後、80℃まで冷却しトルエン1100重量部を加えさらに48%水酸化ナトリウム水溶液、飽和食塩水にて精製し真空蒸留法によりトルエンを留去してポリエチレングリコールモノメチルエーテルメタクリレート(EOp=9)(E-1)を得た。また、A-1をA-2～7に変更した以外は同様の操作にてE-2～7を得た。

【0041】実施例3 <セメント分散剤の製造>

ガラス製反応容器に水520重量部を仕込み、窒素雰囲気下53℃で、E-1を284重量部、メタクリル酸84重量部の混合液と15%3-メルカプトプロピオン酸水溶液19.7重量部と15%過硫酸アンモニウム水溶液23.5重量部の3液を同時に90分かけて、次に15%過硫酸アンモニウム水溶液6重量部を30分かけて滴下し、53℃で2時間熟成させた。さらに、48%水酸化ナトリウム水溶液57重量部を加えて中和した後、35%過酸化水素水5重量部を添加し90℃で1時間保持した後冷却し、表2に示すセメント分散剤1を得た。

【0042】また、E-1をE-5にした以外は上記と同じ操作で比較セメント分散剤1を得た。

【0043】このようにして得られたセメント分散剤のセメント分散性能を下記の方法により評価した。結果を表2に示す。

【0044】(分散性能試験)セメントとして普通ポルトランドセメント(太平洋セメント株式会社製)900g、細骨材として千葉県君津産山砂(比重2.61、 ρ_m 2.70)1636g、セメント分散剤1.6g(固形分)含む水315gを用いて、JIS R5201に準拠しモルタルを調整しタッピングなしでのモルタルの広がりをもルタルフロー値(mm)とした。

【0045】実施例4

実施例3と同様の容器に水305重量部を仕込み、窒素雰囲気下80℃で、60%E-2水溶液を602重量部、メタクリル酸23重量部の混合液と15%2-メルカプトエタノール水溶液13.1重量部と15%過硫酸アンモニウム水溶液25.5重量部の3液を同時に90分かけて、次に15%過硫酸アンモニウム水溶液10.2重量部を30分かけて滴下し、80℃で2時間熟成させた。さらに、前記と同様に中和、過酸化水素処理を行い、表2に示すセメント分散剤2を得た。分散性の結果を表2に示す。

【0046】また、E-2をE-6にした以外は上記と

同じ操作で比較セメント分散剤2を得た。分散性の結果を表2に示す。

【0047】実施例5

実施例3と同様の容器に水297重量部を仕込み、窒素雰囲気下80℃で、60%E-3水溶液を600重量部、アクリル酸22重量部の混合液と15%2-メルカプトエタノール水溶液17.7重量部と15%過硫酸アンモニウム水溶液27.2重量部の3液を同時に90分かけて、次に15%過硫酸アンモニウム水溶液11重量部を30分かけて滴下し、80℃で2時間熟成させた。さらに、前記と同様に中和、過酸化水素処理を行い、表2に示すセメント分散剤3を得た。

【0048】実施例6

実施例3と同様の容器に水304重量部を仕込み、窒素雰囲気下80℃で、60%E-4水溶液を589重量部、アクリル酸28重量部の混合液と15%2-メルカプトエタノール水溶液15重量部と15%過硫酸アンモニウム水溶液29重量部の3液を同時に90分かけて、次に15%過硫酸アンモニウム水溶液7重量部を30分かけて滴下し、80℃で2時間熟成させた。さらに、前記と同様に中和、過酸化水素処理を行い、表2に示すセメント分散剤4を得た。分散性の結果を表2に示す。

【0049】また、E-4をE-7にした以外は上記と同じ操作で比較セメント分散剤3を得た。分散性の結果を表2に示す。

【0050】実施例7

実施例3と同様の容器に水304重量部を仕込み、窒素雰囲気下80℃で、60%E-2水溶液を353重量部、E-1を123重量部、メタクリル酸50重量部を混合した液と15%2-メルカプトエタノール14.7重量部と15%過硫酸アンモニウム水溶液13重量部の3液を同時に90分かけて、次に15%過硫酸アンモニウム水溶液6重量部を30分かけて滴下し、80℃で2時間熟成させた。さらに、前記と同様に中和、過酸化水素処理を行い、表2に示すセメント分散剤5を得た。分散性の結果を表2に示す。

【0051】また、E-1をE-5に、E-2をE-6にした以外は上記と同じ操作で比較セメント分散剤4を得た。分散性の結果を表2に示す。

【0052】実施例8

実施例3と同様の容器に水333重量部を仕込み、窒素雰囲気下65℃で、60%E-2水溶液を563重量部、メタクリル酸34重量部、アクリル酸メチル16.9重量部の混合液と15%メルカプトコハク酸水溶液28重量部と15%2,2'-アゾビス(2-アミジノプロパン)二塩酸塩水溶液11.8重量部の3液を同時に90分かけて滴下し、65℃で180分熟成させた。さらに、48%水酸化ナトリウム水溶液13重量部を加えて中和した後冷却し、表2に示すセメント分散剤6を得た。分散性の結果を表2に示す。

【0053】

【表2】

	セメント分散剤	単量体(A)	単量体(B)	モルタルフロー値 (mm)
実施例	セメント分散剤1	E-1 (A-1/0.2モル%)	メタクリル酸	240
	セメント分散剤2	E-2 (A-2/0.5モル%)	メタクリル酸	248
	セメント分散剤3	E-3 (A-3/2.2モル%)	アクリル酸	205
	セメント分散剤4	E-4 (A-4/1.3モル%)	アクリル酸	238
	セメント分散剤5	E-1 (A-1/0.2モル%) E-2 (A-2/0.5モル%)	メタクリル酸	262
	セメント分散剤6	E-2 (A-2/0.5モル%)	メタクリル酸 アクリル酸メチル	244
比較例	比較 セメント分散剤1	E-5 (A-5/3.3モル%)	メタクリル酸	125
	比較 セメント分散剤2	E-6 (A-6/4.0モル%)	メタクリル酸	110
	比較 セメント分散剤3	E-7 (A-7/4.8モル%)	アクリル酸	108
	比較 セメント分散剤4	E-5 (A-5/3.3モル%) E-6 (A-6/4.0モル%)	メタクリル酸	115

【0054】表2中の単量体(A)は「ポリアルキレングリコールエステル(A)」であり、()内は該単量体に用いたポリアルキレングリコールエーテルの種類とその製* 造に用いた化合物(Aa)に対する製造時の水分量測定値である。また、単量体(B)は「カルボン酸系単量体を含む単量体」である。

フロントページの続き

(51)Int.Cl.

識別記号

F I

キーワード (参考)

// C 0 4 B 103:40

C 0 4 B 103:40

(72)発明者 美納 晴也

和歌山県和歌山市湊1334 花王株式会社研
究所内

(72)発明者 小柳 幸司

和歌山県和歌山市湊1334 花王株式会社研
究所内

F.ターム (参考) 4J002 BG011 BH021 CH051

4J005 AA12 BB02 BB04

4J027 AC02 AC03 AC04 AC06 BA04

BA05 BA06 BA07 BA08 BA13

BA14 CB02 CB03 CB09

4J100 AB02Q AB07Q AJ01Q AJ02Q

AJ08Q AJ09Q AL03Q AL08P

AL08Q AL09Q AM02Q AM15Q

BA02P BA05P BA06P BA08P

BA56Q BC43P CA04 JA67